

## Sample metering (dosing) system

Patent Number: DE4318919

Publication date: 1994-12-08

Inventor(s): RIEGGER HUBERTUS (DE)

Applicant(s): BODENSEEWERK PERKIN ELMER CO (DE)

Requested Patent:  DE4318919

Application Number: DE19934318919 19930607

Priority Number(s): DE19934318919 19930607

IPC Classification: G01N1/14; G01N30/18; G01N35/06; F04B13/00; F04B21/08

EC Classification: G01N1/00B1A1, G01N30/18

Equivalents:

### Abstract

The invention relates to a sample metering system having an injection needle which is connected via lines to a metering pump, as well as a liquid reservoir connected to the latter. One object of the invention is to obtain a simple sample metering system which is suitable for liquid chromatography. This object is achieved in that switchover devices are provided, with which, in a first position, the injection needle being closed off, a connection can be made between the liquid reservoir and the metering pump and, in a second position, the injection needle can again be released and the rinsing-liquid reservoir can be separated from the metering pump.

Data supplied from the esp@cenet database - I2



(12) **Offenlegungsschrift**  
(10) **DE 43 18 919 A 1**

(51) Int. Cl. 5:  
**G 01 N 1/14**  
G 01 N 30/18  
G 01 N 35/06  
F 04 B 13/00  
F 04 B 21/08

(21) Akt. nzeichen: P 43 18 919.9  
(22) Anmeldetag: 7. 6. 93  
(23) Off. nlegungstag: 8. 12. 94

**BEST AVAILABLE COPY**

4  
**DE 43 18 919 A 1**

(71) Anmelder:  
Bodenseewerk Perkin-Elmer GmbH, 88662  
Überlingen, DE

(74) Vertreter:  
Grünecker, A., Dipl.-Ing.; Kinkeldey, H., Dipl.-Ing.  
Dr.-Ing.; Stockmair, W., Dipl.-Ing. Dr.-Ing. Ae.E. Cal  
Tech; Schumann, K., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat.; Jakob,  
P., Dipl.-Ing.; Bezold, G., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.;  
Meister, W., Dipl.-Ing.; Hilgers, H., Dipl.-Ing.;  
Meyer-Plath, H., Dipl.-Ing. Dr.-Ing.; Ehnold, A.,  
Dipl.-Ing.; Schuster, T., Dipl.-Phys.; Goldbach, K.,  
Dipl.-Ing. Dr.-Ing.; Aufenanger, M., Dipl.-Ing.;  
Klitzsch, G., Dipl.-Ing.; Vogelsang-Wenke, H.,  
Dipl.-Chem. Dipl.-Biol.Univ. Dr.rer.nat., Pat.-Anwälte,  
80538 München

(72) Erfinder:  
Riegger, Hubertus, 7777 Salem, DE

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DE	39 33 754 C2
DE	28 07 291 C2
DE	24 49 052 B2
DE	24 10 529 B2
DE	40 07 832 A1
DE	35 04 130 A1
DE	24 50 612 A1
DE-GM	73 30 796
DE	28 15 023
US	51 50 601
US	47 46 491
US	47 13 974
US	44 45 391
US	41 73 145
US	38 85 438
US	38 24 859
US	37 19 086
EP	01 88 265 A2
WO	87 04 370

(54) Probendosiersystem

(55) Die Erfindung betrifft ein Probendosiersystem mit einer Injektionsnadel, die über Leitungen mit einer Dosierpumpe verbunden ist, sowie einem hiermit verbundenen Flüssigkeitsreservoir. Es ist eine Aufgabe der Erfindung, ein einfaches, für die Flüssigkeitschromatographie geeignetes Probendosiersystem zu schaffen. Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß Umschalteinrichtungen vorgesehen sind, mit denen in einer ersten Stellung unter Verschließen der Injektionsnadel eine Verbindung zwischen dem Flüssigkeitsreservoir und der Dosierpumpe herstellbar ist, und in einer zweiten Stellung die Injektionsnadel wieder freigebbar und das Spülflüssigkeitsreservoir von der Dosierpumpe trennbar ist.

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Probendosiersystem mit einer Injektionsnadel, die über Leitungen mit einer Dosierpumpe verbunden ist, sowie einem hiermit verbindbaren Spülflüssigkeitsreservoir.

Derartige Probendosiersysteme werden etwa bei Probenentnahmeverrichtungen von Flüssigkeitschromatographen verwendet. Bekannte Probendosiersysteme umfassen eine Injektionsnadel, mit der das Septum einer, die zu untersuchende Probe enthaltenden Probenflasche durchstochen werden kann, und über die durch Betätigen einer an die Injektionsnadel angegeschlossenen Dosierpumpe die Probe angesaugt werden kann. Die Injektionsnadel ist in einer höherverstellbaren Nadelhalterung angebracht, die mittels eines Motors in Längsrichtung der Nadel bewegt werden kann. Unterhalb der Nadelspitze befindet sich ein Probenmagazin, mit dem die Probenflaschen in eine Position unterhalb der Nadelspitze gebracht werden können. Die angesaugte Probe wird anschließend in die Chromatographievorrichtung eingespeist. Bevor eine weitere Probe genommen wird, wird zunächst die Injektionsnadel von noch in der Nadel verbliebenen Resten der vorher genommenen Probe dadurch gereinigt, daß sie mit einer Spülflüssigkeit gespült wird. Für den Spülvorgang wird zusätzlich zu der Dosierpumpe eine, über Rückschlagventile einerseits mit dem Leitungssystem der Injektionsnadel und der Dosierpumpe und andererseits mit einem Spülflüssigkeitsreservoir verbundene zweite Pumpe zum Ansaugen und Einspeisen des Spülmittels verwendet. Der technische Aufwand für ein solches Probendosiersystem ist durch Verwendung von zwei Motoren und Rückschlagventilen verhältnismäßig hoch.

Es ist deshalb die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Probendosiersystem zu schaffen, das einfacher und kostengünstiger realisiert werden kann.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe durch ein Probendosiersystem der eingangs bezeichneten Art gelöst, das sich auszeichnet durch Umschalteinrichtungen, mit denen in einer ersten Stellung unter verschließen der Injektionsnadel eine Verbindung zwischen dem Spülflüssigkeitsreservoir und der Dosierpumpe herstellbar ist und in einer zweiten Stellung die Injektionsnadel wieder freigebbar und das Spülflüssigkeitsreservoir von der Dosierpumpe trennbar ist.

Die Verwendung einer Umschalteinrichtung schafft den Vorteil, daß mit nur einer einzigen Pumpe sowohl der Probendosievorgang wie auch der Spülvorgang durchgeführt werden können. Hierdurch verringert sich der Aufwand für die entsprechende Überwachungs- und Steuerelektronik, und das Probendosiersystem kann wesentlich kostengünstiger hergestellt und betrieben werden.

In einer bevorzugten Ausführungsform umfaßt die Umschalteinrichtung eine radiale Bohrung in der Injektionsnadel, die in einer Dichtung derart verschiebbar geführt ist, daß die radiale Bohrung in einer ersten Stellung mit dem Spülflüssigkeitsreservoir verbunden und in einer zweiten Stellung verschlossen ist, wobei eine Spitzendichtung für die Injektionsnadel vorgesehen ist, die derart relativ gegen die Injektionsnadel führbar ist, daß diese entgegen einer federnden Vorspannung in die erste Stellung überführbar ist. Eine Umschaltung kann mit Hilfe der Injektionsnadel, in der die radiale Bohrung angebracht ist, und der über der radialen Bohrung gelegenen Dichtung, die gegen die radiale Bohrung der Injektionsnadel verschoben werden kann, erfolgen, so daß

über die radiale Bohrung eine Verbindung mit dem Spülflüssigkeitsreservoir herstellbar ist. Die Nadelspitze wird dabei gegen eine Spitzendichtung gedrückt, wobei sich die Nadel entgegen einer federnden Vorspannung bewegt und dabei die Verbindung der radialen Bohrung der Nadel mit dem Spülflüssigkeitsreservoir herstellt. Es ist somit ein äußerst einfacher Aufbau für die Umschaltseinrichtung realisiert, da lediglich die Dichtung über der radialen Bohrung der Nadel und die Spitzendichtung, die beide in einfacher Weise realisiert werden können, erforderlich sind. Die Bewegung der Nadel zusammen mit der Nadelhalterung gegen die Spitzendichtung und somit das Umschalten der Umschalteinrichtung kann dabei über einem Antrieb ausgeführt werden, der für die Verstellung der Nadelhalterung in Längsrichtung der Nadel vorgesehen ist. Die Spitzendichtung kann zudem in einfacher Weise auf einem Probenmagazinteller ausgebildet sein.

Gemäß einer anderen bevorzugten Ausführungsform umfaßt die Umschalteinrichtung ein Umschaltventil mit einem Hohlzylinder und einem Kolben, wobei der Hohlzylinder drei Eingangsanschlüsse und der Kolben eine Bohrung und eine Ausnehmung in einer Kollbenseitenfläche aufweist, die derart angeordnet sind, daß in einer Stellung des Kolbens das Spülmittelreservoir mit der Pumpe, und in einer anderen Stellung des Kolbens die Injektionsnadel und die Pumpe miteinander verbindbar sind. Das Umschaltventil kann dabei gleichzeitig so ausgebildet sein, daß eine spezielle Spitzenverschlußvorrichtung für die Injektionsnadel nicht notwendig ist. Ein derartiges Umschaltventil ermöglicht ebenfalls die Verwendung von nur einer einzigen Pumpe in dem gesamten System, mit der blasenfrei sowohl die Probenflüssigkeit als auch die Spülflüssigkeit angesaugt und ausgespritzt werden können. Das Umschaltventil ist gemäß dieser bevorzugten Ausführungsform so ausgestaltet, daß es die Verbindung zwischen der Nadel und der Pumpe unterbricht, wenn die Verbindung zwischen der Pumpe und dem Spülflüssigkeitsreservoir hergestellt wird. Das Umschaltventil kann bei dieser Ausführungsform zudem mit der Vorspannung einer Feder beaufschlagt sein, so daß es durch die Federkraft in einer zweiten Stellung gehalten wird, die die Verbindung zwischen der Pumpe und der Injektionsnadel herstellt, während das Umschaltventil aus dieser Stellung in eine erste oder Spülstellung durch eine Verstellbewegung der Nadelhalterung entgegen der Vorspannung der Feder gebracht werden kann. Somit ist auch in dieser bevorzugten Ausführungsform ein Umschalten aus einer Betriebsweise zum Ansaugen und Ausspritzen einer Probe zu einem Spülbetrieb möglich, der mit einem geringen Aufwand von zusätzlichen Bauteilen realisiert wird.

Weitere vorteilhafte Ausführungsformen gehen aus den Unteransprüchen hervor.

Im folgenden soll die Erfindung anhand von zeichnerisch dargestellten Ausführungsbeispielen näher erläutert und beschrieben werden. In den Zeichnungen zeitgen:

Fig. 1 eine erfundungsgemäße Probendosievorrichtung in einer Stellung, in der die Spülflüssigkeit angesaugt wird;

Fig. 2 eine Detailskizze einer ersten Ausführungsform einer erfundungsgemäßen Umschalteinrichtung in der Stellung gemäß Fig. 1;

Fig. 3 die erfundungsgemäße Probendosievorrichtung nach der Fig. 1, die sich in einer Ruhestellung befindet;

Fig. 4 eine Detailskizze der ersten Ausführungsform

der Umschalteinrichtung in der Stellung gemäß Fig. 3;

Fig. 5 eine zweite Ausführungsform einer erfindungsgemäßen Umschalteinrichtung;

Fig. 6 die erfindungsgemäße Probendosiervorrichtung in einer Stellung, bei der die Spülflüssigkeit aus dem System ausgestoßen werden kann;

Fig. 7 die erfindungsgemäße Probendosiervorrichtung in einer Stellung, in der die Probenflüssigkeit angesaugt werden kann; und

Fig. 8 die erfindungsgemäße Probendosiervorrichtung in einer Stellung, in der die Probe dosiert abgegeben werden kann.

In der Fig. 1 ist eine Probendosiervorrichtung mit einer Dosierpumpe 3, einem Spülmittelreservoir 6 und einer Umschalteinrichtung 5, die in der Fig. 2 vergrößert dargestellt ist, gezeigt. Die Umschalteinrichtung 5 umfaßt eine Injektionsnadel 9, die mit der Dosierpumpe 3 über eine Schlauchleitung 4 verbunden ist. Die Injektionsnadel weist in einem mittleren Bereich eine radiale Öffnung 8 auf. Eine Spitze 15 der Injektionsnadel 9 liegt in einem Probenmagazinteller 27 gegenüber. An dem der Spitze 15 gegenüberliegenden Ende ist die Injektionsnadel verschiebbar in einer Nadelhalterung 13 gehalten. Die Nadelhalterung 13 ist in einer parallel zur Injektionsnadel verlaufenden, in den Zeichnungen nicht dargestellten Führung gelagert, und über ein ebenfalls nicht dargestelltes Getriebe mit einem Motor 26 verbunden. An der Nadelhalterung 13 ist ein Eingriffsbereich 16 für das Getriebe ausgebildet. Der Motor 26 ist mit einer in den Zeichnungen nicht dargestellten Steuer- und Überwachungseinheit verbunden. Die Dosierpumpe 3 ist mit einem Antrieb 25 versehen, der ebenfalls mit der Steuer- und Überwachungseinheit verbunden ist.

In einem mittleren Bereich der Nadel 9 ist eine, die Nadel umgebende, an der Nadelhalterung 13 befestigte Dichtung 11 angebracht. Die Dichtung 11 hat eine, in ihrem Inneren ausgebildete Kammer 22, die von der Injektionsnadel 9 durchdrungen und verschlossen wird. In die Kammer 22 mündet eine radiale Bohrung 23, die mit einem seitlich vorstehenden Anschlußstutzen 28 verbunden ist. An dem Anschlußstutzen 28 ist eine mit dem Spülmittelreservoir 6 verbundene Schlauchleitung 12 angebracht.

Auf dem Probenmagazinteller 27 sind an verschiedenen Stellen eine in der Fig. 1 gezeigte Spitzendichtung 14, eine in den Fig. 3 und 7 gezeigte, eine flüssige Probe 30 enthaltende Probenflasche 29 mit einem über den Probenmagazinteller 27 hervorstehenden Septumverschluß 42, eine in der Fig. 6 gezeigte Spülflüssigkeitsabflußvorrichtung 17 und ein in der Fig. 8 schematisch gezeigtes Probeneinspeiseventil 51 angeordnet. Der Probenmagazinteller ist um eine durch seinen Mittelpunkt verlaufende Achse drehbar gelagert und über ein Getriebe mit einem Motor verbunden (in den Zeichnungen nicht dargestellt). Anstelle der drehbaren Lagerung könnte der Probenmagazinteller auch in zwei linearen Lagerungen, die jeweils mit einem Getriebe und einem Motor verbunden sind, gehalten sein.

Insbesondere bei Verwendung von flüssigen Proben, die in den Probenflaschen 29 mit einem Septumverschluß 42 enthalten sind, befindet sich die Nadel 9 in einer vertikalen Ausrichtung und die Oberfläche des Probenmagazintellers ist horizontal ausgerichtet. Ebenso gut wäre es jedoch möglich, die Nadel in einer beliebigen anderen Weise anzurichten, wobei eine entsprechende Änderung der Anordnung des Probenmagazin-systems notwendig wäre.

Die Nadelhalterung 13 weist eine Bohrung 15 auf, in

der die Nadel 9 verschiebbar geführt ist. In einer konzentrisch zur Bohrung 15 ausgeführten Gegenbohrung 20 mit größerem Durchmesser ist ein, von der Injektionsnadel radial vorstehender Bund 21 aufgenommen. Die Gegenbohrung 20 ist durch die Dichtung 11 verschlossen. Zwischen dem Bund 21 und der Nadelhalterung 13 ist eine auf Druck beanspruchbare, um die Injektionsnadel 9 herumgeführte Schraubenfeder 7, in die Gegenbohrung 20 eingefügt.

Im folgenden wird der Betrieb der Probendosiervorrichtung und die Funktion der in den Fig. 2 und 4 im Detail dargestellten ersten Ausführungsform der Umschalteinrichtung in bezug auf die Fig. 1 bis 4 und 6 bis 8 näher erläutert. Zum Betrieb der erfindungsgemäßen Probendosiervorrichtung ist es erforderlich, vor dem Ansaugen einer Probenflüssigkeit die Injektionsnadel von noch eventuell vorhandenen, älteren Probenresten zu reinigen und mit einer geeigneten Spülflüssigkeit zu spülen. Für den Spülvorgang wird die Nadelhalterung 13 durch Betätigung des Motors 26 in Richtung einer auf der Oberfläche des Probenmagazintellers 27 angebrachten Spitzendichtung 14, die zuvor durch Betätigung des Probenmagazintellers in eine der Nadelspitze 15 gegenüberliegende Stellung gebracht wurde, bewegt, bis die Nadelspitze 15 durch die Spitzendichtung 14 verschlossen wird. Die Nadelhalterung 13 wird dabei so weit gegen die Spitzendichtung 14 bewegt, bis die Spitzendichtung 14 eine Kraft auf die Nadel 9 ausübt, die gegen die Feder 7 wirkt, so daß die Nadel 9 in der Nadelhalterung 13 verschoben wird. Die radiale Öffnung 8 in der Nadel 9 mündet in einer solchen ersten Stellung, die in der Fig. 2 vergrößert dargestellt ist, in die Kammer 22, die in der Dichtung 11 ausgebildet ist. Über die radiale Bohrung 23 in der Dichtung 11 und die Öffnung in der Nadel 9 ist in dieser Stellung somit eine Verbindung zwischen dem Spülmittelreservoir 6 und der Nadel 9 hergestellt, die ihrerseits mit der Dosierpumpe 3 verbunden ist, während die Nadelspitze 15 dicht verschlossen ist.

Zum Ansaugen von Spülmittel wird die Dosierpumpe 3 mittels des Antriebs 25 betätigt. Das Spülmittel wird über die Schlauchleitung 12 in den oberen Bereich der Nadel 9, die Schlauchleitung 4 und die Dosierpumpe 3 angesaugt. Nachdem das System mit Spülmittel gefüllt ist, wird der Motor 26 betätigt und die Nadelhalterung 13 angehoben, wodurch durch die Rückstellkraft der Feder 7 die Nadel 9 gegen die Nadelhalterung 13 verschoben wird und die Öffnung 8 wieder durch die Dichtung 11 verschlossen wird. Die Probendosiervorrichtung befindet sich nun in einer Ruhestellung und die Umschalteinrichtung in einer zweiten Stellung, wie es in den Fig. 3 und 4 dargestellt ist. Der Bund 21 der Nadel 9 liegt aufgrund der Rückstellkraft der Feder 7 an der die Gegenbohrung 20 abschließenden Dichtung 11 auf. In dieser Ruhestellung ist die Nadelspitze 15 wieder von der Spitzendichtung 14 abgehoben. Es kann nun der Probenmagazinteller unter der Nadelspitze 15 soweit bewegt werden, bis eine geeignete Position auf dem Probenmagazinteller, beispielsweise ein Spülmittelabfluß 17 unterhalb der Nadelspitze 15 liegt, wie dies in der Fig. 6 gezeigt ist. Nach dem Absenken der Nadel wird wieder der Antrieb 25 der Dosierpumpe 3 betätigt und die in dem System vorhandene Spülflüssigkeit durch Verringern des Volumens in der Pumpe über die Nadelspitze 15 ausgestoßen, wobei die Nadel von eventuellen Probenrückständen gereinigt und gespült wird.

Die noch mit einer neutralen Spülflüssigkeit gefüllte Nadel wird für den nächsten Schritt des Ansaugens ei-

ner Probe wieder in die Ruhestellung angehoben, und der Probenmagazinteller 27 wird in eine geeignete Position bewegt, in der eine Flasche 29 mit einer zu untersuchenden Probenflüssigkeit 30 unterhalb der Nadelspitze 15 gelegen ist, wie in der Fig. 7 gezeigt ist. Durch Betätigen des Motors 26 wird die Nadelhalterung 13 gegen die Probenflasche 29 verfahren, bis die Nadelspitze 15 das Septum 42 der Probenflasche durchsticht und in die Probenflüssigkeit 30 eintaucht. Die Injektionsnadel 9 wird dabei nur soweit in die Probenflasche 29 abgesenkt, daß keine Verschiebung der Injektionsnadel 9 gegen die Nadelhalterung 13 entgegen der Federkraft auftritt, d. h. daß z. B. die Nadel vor Erreichen des Bodens der Probenflasche gehalten wird. Die Umschalteinrichtung verbleibt dabei in der zweiten Stellung, in der das Spülmittelreservoir nicht mit dem Probendosiersystem verbunden ist. Die Probenflüssigkeit wird durch Betätigung des Antriebs 25 der Dosierpumpe 3 in die Nadel ange- saugt. Ein Vermischen der Probenflüssigkeit mit der Spülflüssigkeit tritt aufgrund einer geeigneten Wahl der Spülflüssigkeit und aufgrund der dünnen Kapillare in der Injektionsnadel nicht auf, oder ist vernachlässigbar. Nach dem Ansaugen der Probenflüssigkeit wird die Nadel durch Betätigen des Motors 26 angehoben und aus der Probenflasche herausgezogen und in die Ruhestellung gebracht.

Nun kann der Probenmagazinteller wieder soweit bewegt werden, bis die Nadelspitze 15 eine Einspeiseposition zum Einspeisen der Probenflüssigkeit in ein Dosierventil 51 erreicht, das schematisch in der Fig. 8 gezeigt ist und Teil der Chromatographievorrichtung ist. Durch Betätigen des Motors 26 wird die Nadelspitze wieder abgesenkt, ohne dabei die Nadel 9 gegen die Halterung 13 zu verschieben, und in die entsprechende Einspeiseposition zum Abgeben der Probenflüssigkeit in das Dosierventil 51 bewegt. In dieser Lage wird der Antrieb 25 der Dosierpumpe betätigt und ein genau abgemessenes Volumen der Probenflüssigkeit in die Chromatographievorrichtung eingespeist.

Nach dem Einspeisen wird die Nadelhalterung wieder in die Ruhestellung zurückgezogen, so daß der Probenmagazinteller wieder bewegt werden kann. Der Vorgang des Einspeisens einer Probe in die Chromatographievorrichtung ist damit abgeschlossen. Ein neuer Zyklus kann mit dem obenerwähnten Schritt des Spülens der Probendosierzvorrichtung beginnen.

In der Fig. 5 ist eine alternative Ausführungsform für die Umschalteinrichtung gezeigt, die ein Umschaltventil 30 mit einem Hohlkörper 33 und einem paßgenau darin verschiebbaren, dicht abschließenden Kolben 31 umfaßt. Um eine bessere Unterscheidung zwischen Kolben und Hohlkörper zu ermöglichen, ist in der Fig. 5 ein, in der tatsächlichen Ausführungsform so nicht vorhandener Abstand zwischen Kolben und Hohlkörper gezeigt. Der Hohlkörper 33 weist einen Durchlaß 38 zum Anschluß der Injektionsnadel 9, einen Durchlaß 39 zum Anschluß der von dem Spülmittelreservoir 6 kommenden Schlauchleitung 12 und einen Durchlaß 37 zum Anschluß der von der Dosierpumpe 3 kommenden Schlauchleitung 4 auf. Der Kolben 31 besitzt eine Bohrung 32 durch seinen Durchmesser. An der Außenfläche besitzt der Kolben 31 eine längliche Ausnehmung 45 in Längsrichtung des Kolbens, die nach der Fig. 5 der Mündung des Durchlasses 39 gegenüberliegt. Die Länge der Ausnehmung 45 entspricht im wesentlichen dem gegenseitigen Abstand des Durchlasses 37 und des Durchlasses 39 zuzüglich des Durchmessers des Durchlasses 37. An einer der beiden Stirnseiten des Kolbens

ragt eine an dem Kolben 31 vorgesehene Betätigungsstange 36 aus dem Hohlkörper 33 heraus. An der Betätigungsstange 36 ist in diesem Ausführungsbeispiel eine querliegende Platte 43 vorgesehen, deren Durchmesser größer als die Breite des Hohlkörpers ist. Zwischen der Platte 43 und einem am äußeren Umfang des Hohlkörpers 33 vorgesehenen Bund 44 ist eine Schraubenfeder 34 eingefügt.

Die Funktion dieser zweiten Ausführungsform einer Umschalteinrichtung soll im folgenden anhand der Fig. 5 erläutert werden. In der gezeigten Stellung des Umschaltventils 30 ist die Bohrung 32 mit den Durchlässen 37 und 38, die jeweils über Leitungen mit der Dosierpumpe und der Injektionsnadel miteinander verbunden sind, ausgerichtet. Die Ausrichtung der Bohrung 32 erfolgt zweckmäßigerverweise durch einen, in der Fig. 5 weggelassenen Anschlag, gegen den der Kolben durch die Kraft der Feder 34 gedrückt wird, sofern keine weiteren Kräfte wirken.

Durch Druck auf die Platte 43 an der Betätigungsstange 36 kann der Kolben 31 unter Überwindung der Federkraft gemäß der Darstellung der Fig. 5 nach rechts verschoben werden, wobei die Bohrung 32 gegen die Durchlässe 37 und 38 verschoben wird, und diese Durchlässe zunächst durch die zwischen der Bohrung 32 und der Ausdehnung 45 liegenden Seitenbereiche des Kolbens verschlossen werden.

Wenn der Kolben 31 noch weiter gegen die Federkraft verschoben wird, wird der Durchlaß 37 durch die Ausnehmung 45 wieder geöffnet und mit dem Durchlaß 39 verbunden, während der Durchlaß 38 durch die Seitenfläche des Kolbens verschlossen bleibt. In dieser, der ersten Stellung der Umschalteinrichtung entsprechenden Position ist der Durchlaß 38 durch den Kolben 31 verschlossen und somit die Verbindung zur Injektionsnadel 9 unterbrochen, wogegen die Durchlässe 37 und 39 geöffnet sind, und das Spülmittelreservoir 6 mit der Dosierpumpe 3 verbunden ist. Wenn die Betätigungsstange 36 freigegeben wird, kehrt der Kolben aufgrund der Federkraft der Feder 34 wieder in eine Position zurück, bei der die Bohrung 32 mit den Durchlässen 38 und 37 ausgerichtet ist. Das in der Ausnehmung 45 vorhandene Volumen der Spülflüssigkeit wird mit der Ausnehmung verschoben.

Zur Funktion des in der Fig. 5 dargestellten Umschaltventils ist es nicht erforderlich, daß die Nadelspitze 15 mit einer Spitzendichtung verschlossen wird. Das Umschaltventil wird ebenfalls durch ein Verstellen der Nadelhalterung 13 durch den Motor 26 bewirkt. In einer zwischen den Endbereichen des möglichen Verschiebewegs der Nadelhalterung 13 gelegenen Ruhestellung der Probendosierzvorrichtung befindet sich das Umschaltventil 30 in einer, der zweiten Stellung der ersten Ausführungsform entsprechenden Stellung, in der die Injektionsnadel 9 mit der Dosierpumpe 3 verbunden ist. Durch Verschieben der Nadelhalterung 13 aus der Ruheposition heraus in einer, der Nadelspitze 15 entgegengesetzten Richtung wird die Platte 43 an der Betätigungsstange 36 entgegen der Kraft der Feder 34 gegen den Hohlkörper 33 bewegt, wodurch der Kolben 31 in dem Hohlkörper 33 verschoben wird und durch die Ausnehmung 45 des Kolbens eine Verbindung zwischen dem Durchlaß 39 und dem Durchlaß 37 und somit zwischen dem Spülflüssigkeitsreservoir 6 und der Dosierpumpe 3 hergestellt wird. In dieser Stellung wird nun analog zu der ersten Ausführungsform die Dosierpumpe betätigt und die Spülflüssigkeit angesaugt.

Nachdem eine geeignete Spülflüssigkeitsableitung unter der Nadelspitze 15 durch Betätigen des Proben-

magazintellers unter der Nadelspitze 15 positioniert wurde, wird die Nadelhalterung 13 in Richtung der Nadelspitze 15 verstellt, wobei die Rückstellkraft der Feder 34 bewirkt, daß das Umschaltventil 30 wieder in einer 5 zweiten Stellung der ersten Ausführungsform ent-sprachende Stellung gebracht wird und eine Verbin-dung zwischen der Injektionsnadel 9 und der Dosier-pumpe 3 hergestellt wird. Die weiteren Verfahrensschritte zum Ansaugen der Probe und zum Einspeisen der Probe in die Chromatographievorrichtung gleichen 10 den in bezug auf die erste Ausführungsform beschriebe-nen Schritten.

## Patentansprüche

1. Probendosiersystem mit einer Injektionsnadel (9), die über Leitungen (4) mit einer Dosierpumpe (3) verbunden ist, sowie einem hiermit verbindba-ren Spülflüssigkeitsreservoir (6), gekennzeichnet durch Umschalteinrichtungen, mit denen in einer 15 ersten Stellung unter Verschließen der Injektions-nadel (9) eine Verbindung zwischen dem Spülflüs-sigkeitsreservoir (6) und der Dosierpumpe (3) her-estellbar ist und in einer zweiten Stellung die Injek-tionsnadel (9) wieder freigebar und das Spülflüs-sigkeitsreservoir (6) von der Dosierpumpe (3) 20 trennbar ist.
2. Probendosiersystem nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Umschalteinrichtungen ei-ne radiale Bohrung (8) in der Injektionsnadel (9), die in einer Dichtung (11) derart verschiebbar geführt ist, daß die radiale Öffnung (8) in der zweiten Stel-lung verschlossen und in der ersten Stellung mit dem Spülflüssigkeitsreservoir (6) verbunden ist, und eine Spitzendichtung (14) für die Injektionsna-del (9) umfaßt, die derart relativ gegen die Injek-tionsnadel (9) führbar ist, daß diese entgegen einer 25 federnden Vorspannung in die erste Stellung über-führbar ist.
3. Probendosiersystem nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß in der Dichtung (11) eine von der Injektionsnadel (9) durchsetzte und mit dem Spülflüssigkeitsreservoir (6) in Verbindung stehende Kammer (22) ausgebildet ist, mit der die radiale Öffnung (8) in der ersten Stellung der Injektionsna-del in Verbindung steht.
4. Probendosiersystem nach Anspruch 2 oder 3, da-durch gekennzeichnet, daß die Dichtung (11) an einer Halterung (13) befestigt ist.
5. Probendosiersystem nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Halterung (13) eine Ge-genbohrung (20) aufweist, die durch die Dichtung (11) abgeschlossen ist, und daß die Injektionsnadel (9) einen in der Gegenbohrung (20) aufgenomme-nen Bund (21) aufweist, an dem sich eine zwischen 55 der Halterung (13) und der Nadel (9) wirkende Fe-der (7) abstützt.
6. Probendosiersystem nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Umschalteinrichtung (30) einen Hohlkörper (32) und einen in dem Hohlkörper- 60 einen verschiebbaren, den Hohlkörper dicht abschlie-Benden Kolben (31) umfaßt, wobei in den Wänden des Hohlkörpers Durchgänge (37, 38, 39) zum Her-stellen einer Verbindung mit der Injektionsnadel (9), dem Reservoir (6) und der Dosierpumpe (3) und 65 in dem Kolben eine Ausnehmung (45) vorhanden sind, die derart angeordnet sind, daß in einer ersten Stellung des Kolbens (31) in dem Hohlkörper (32)

die Dosierpumpe und das Reservoir und in einer zweiten Stellung des Kolbens die Dosierpumpe und die Injektionsnadel miteinander verbunden sind.

7. Probendosiersystem nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Kolben (31) durch eine Feder (34) von der ersten Stellung gegen die zweite Stellung vorgespannt ist.

8. Probendosiersystem nach einem der Ansprüche 5—7, dadurch gekennzeichnet, daß die Feder (7, 34) eine Schraubenfeder ist.

9. Probendosiersystem nach einem der Ansprüche 4—8, dadurch gekennzeichnet, daß die Halterung (13) in Längsrichtung der Injektionsnadel (9) be-wegbar ist.

10. Probendosiersystem nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Umschalteinrichtungen durch eine Verstellung der Halterung (13) betätig-bar sind.

11. Probendosiersystem nach einem der Ansprüche 6—10, dadurch gekennzeichnet, daß die Umschalteinrich-tungen (30) aus der zweiten Stellung in die erste Stellung gebracht werden, wenn die Halte- 20 rung (13) der Injektionsnadel (9) in einen, der Spitze (15) der Injektionsnadel gegenüberliegenden End-bereich des Verschiebeweges der Halterung be-wegt wird.

12. Probendosiersystem nach Anspruch 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Injektionsnadel (9) über eine Schlauchleitung (4) mit der Dosier-pumpe (3) in Verbindung steht.

13. Probendosiersystem nach Anspruch 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß ein Motor (26) vor-handen ist, durch den die Nadelhalterung (13) in Längsrichtung der Nadel (9) verschiebbar ist.

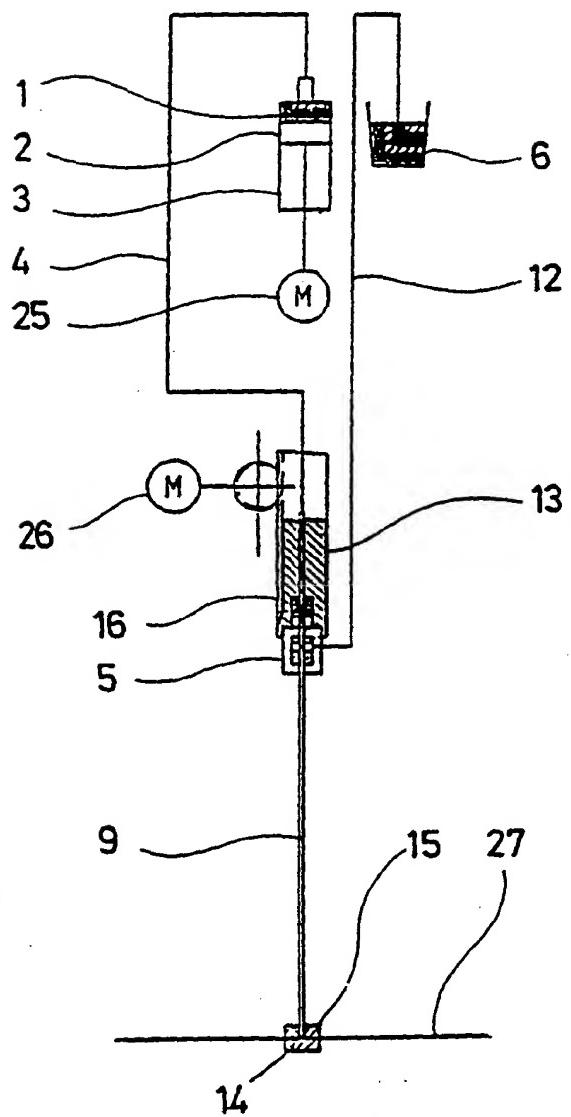
14. Probendosiersystem nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Motor (29) über ein Ge-triebe mit der Nadelhalterung (13) in Verbindung steht.

15. Probendosiersystem nach Anspruch 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Umschalteinrich-tung über eine Schlauchleitung (12) mit dem Spül-flüssigkeitsreservoir (6) verbunden ist.

Hierzu 8 Seite(n) Zeichnungen



## SPÜLFLÜSSIGKEIT ANSAUGEN



VERSCHLUSS - STELLE

FIG.1

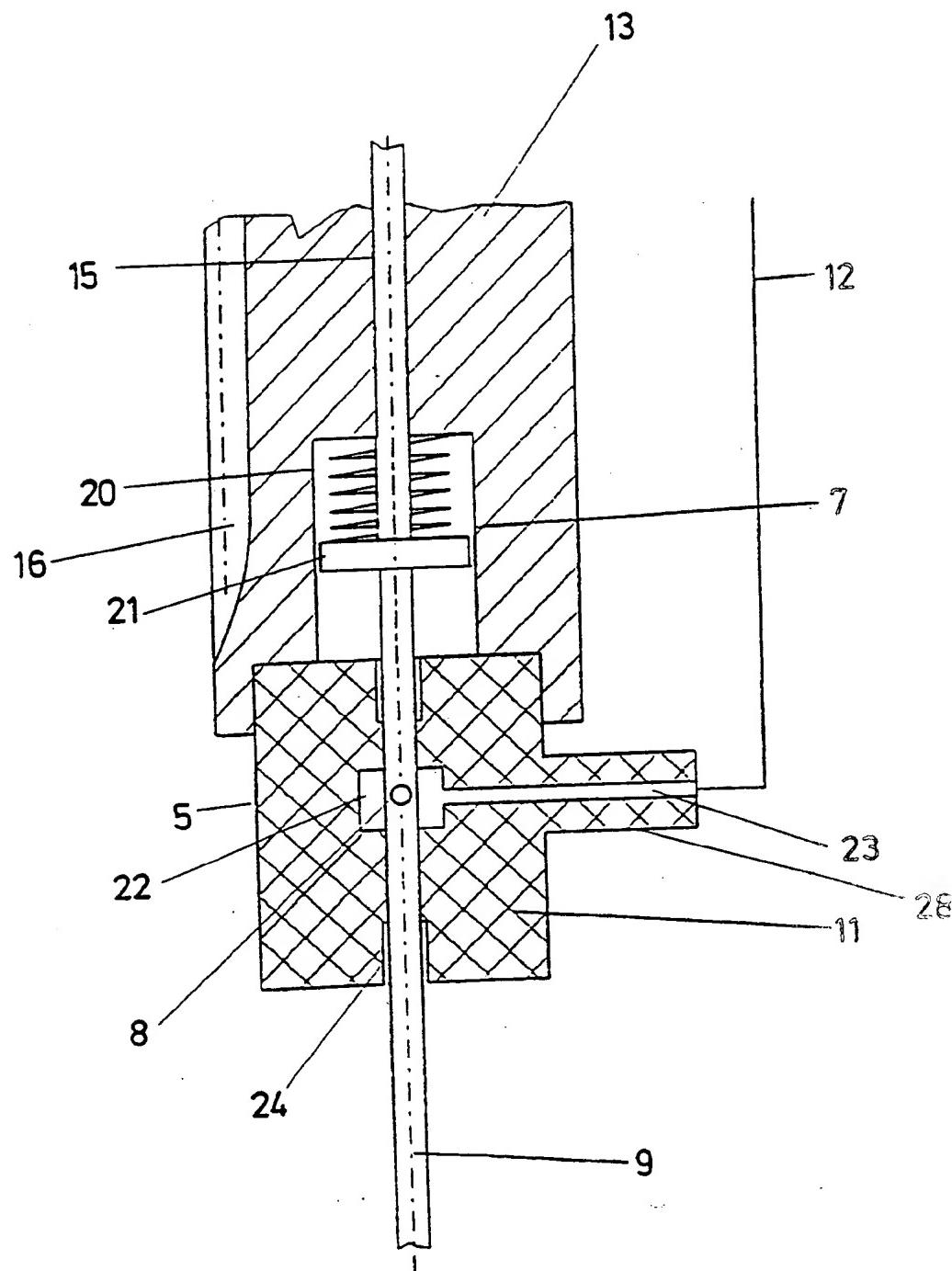
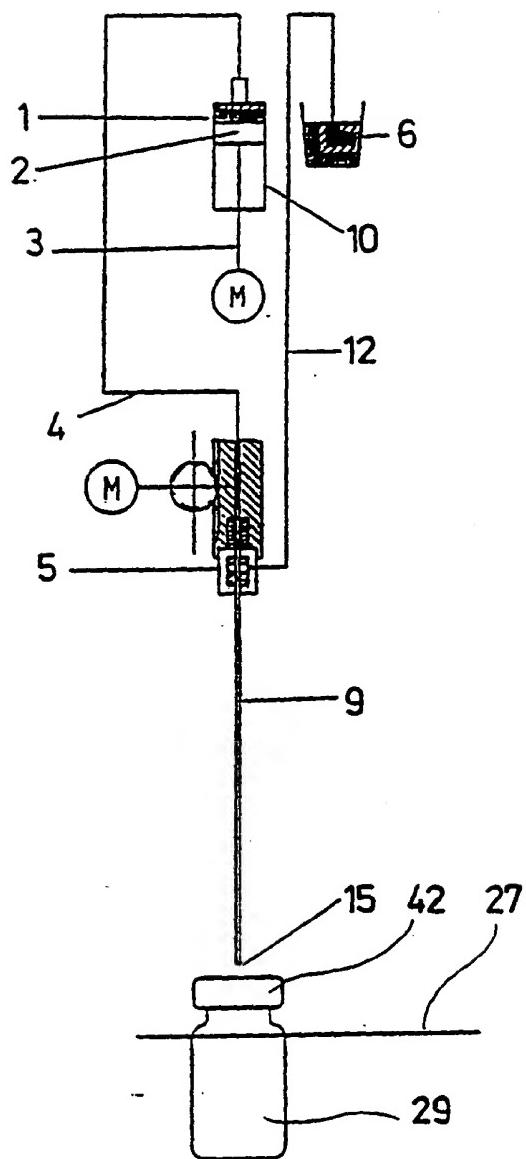


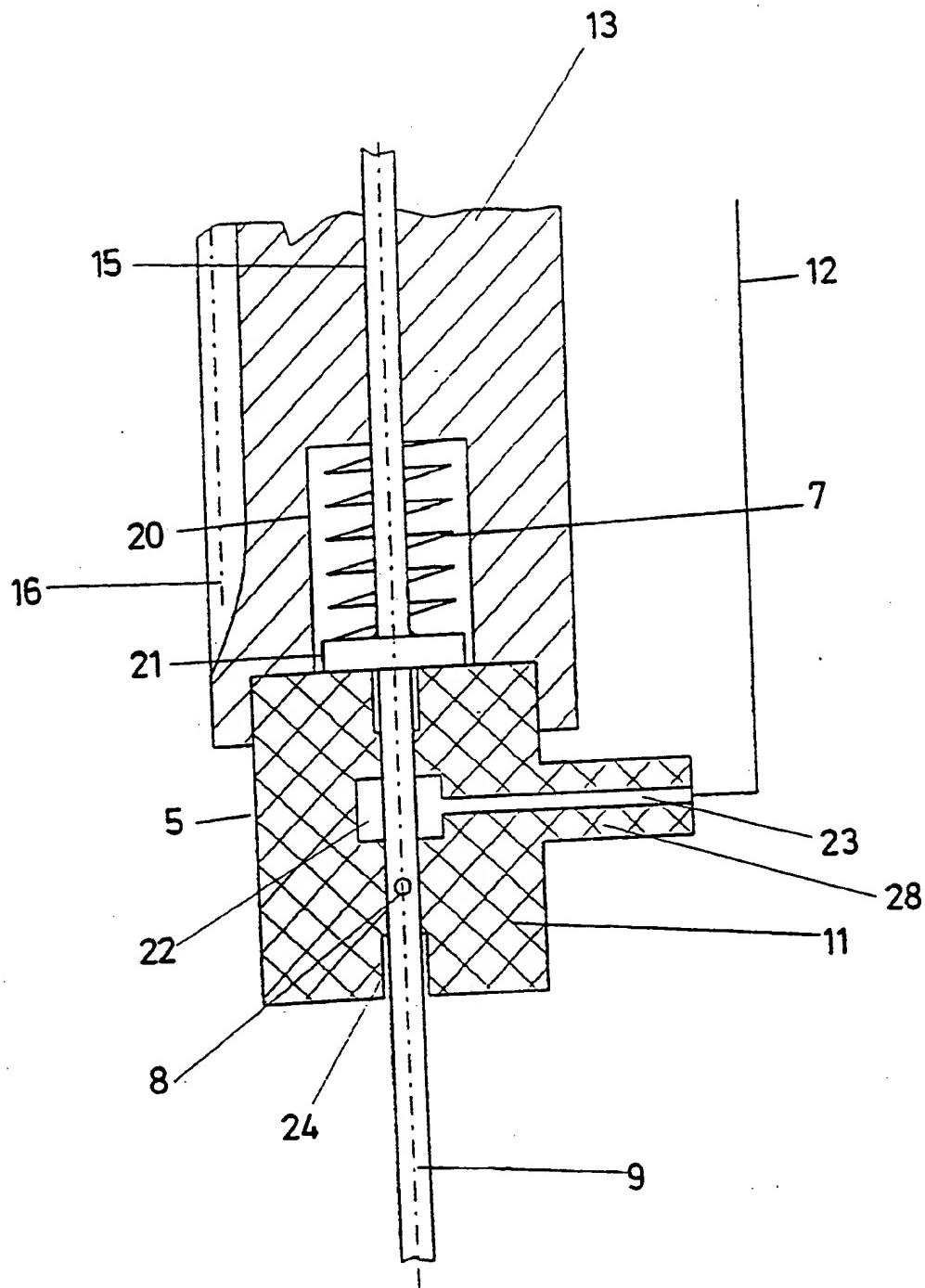
FIG. 2

## RUHESTELLUNG



PROBENFLASCHE

FIG. 3



**FIG. 4**

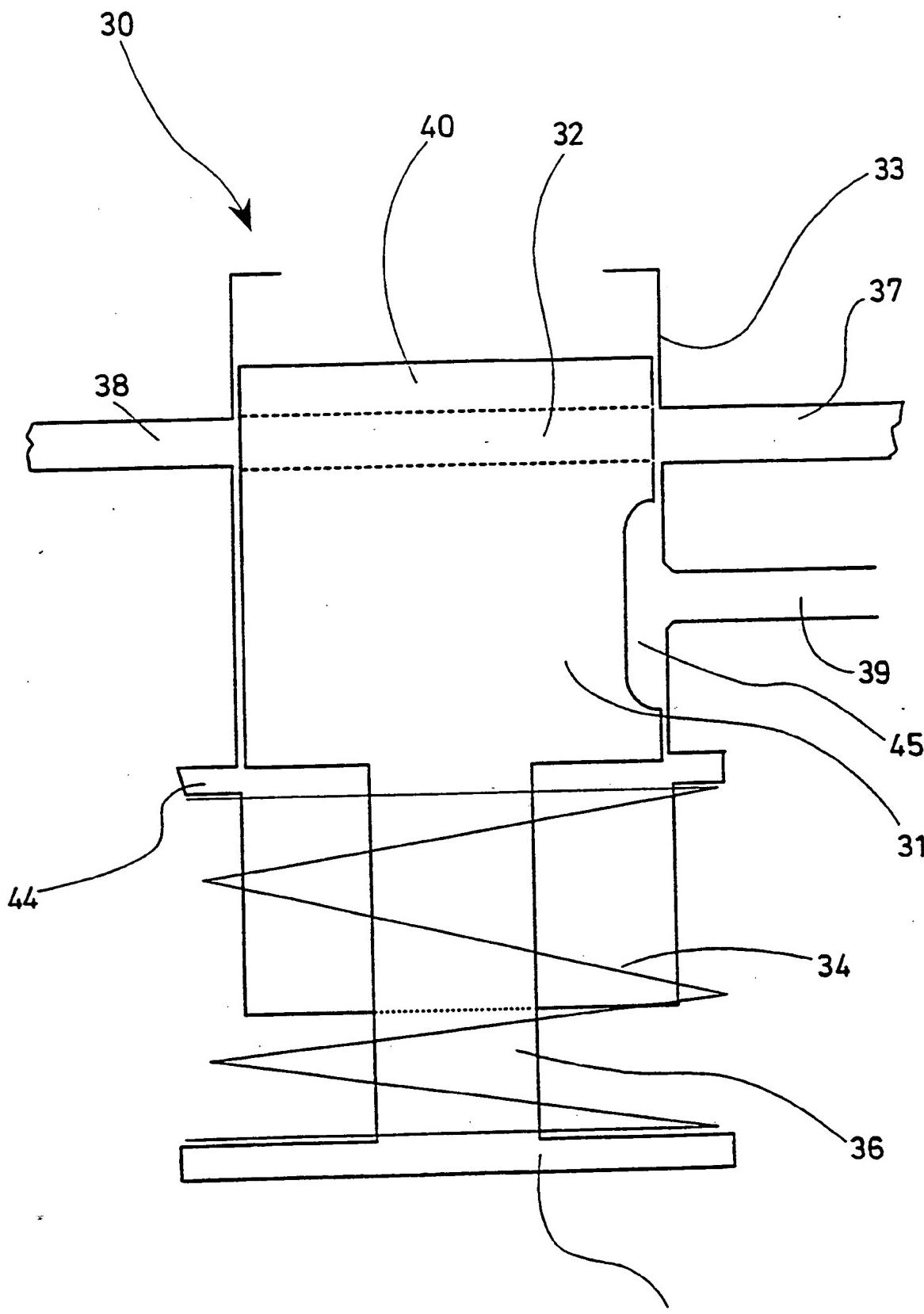
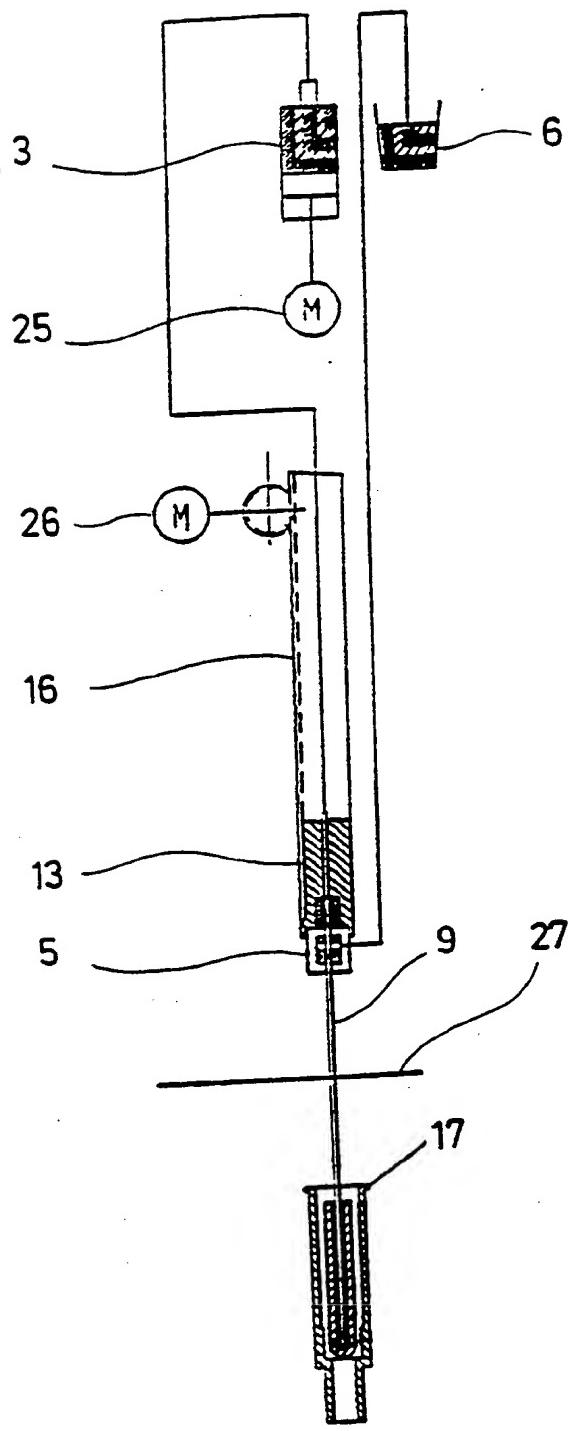


FIG. 5

## SPÜLEN



SPÜLGEFÄSS

FIG.6

408 049/410

PROBE ANSAUGEN

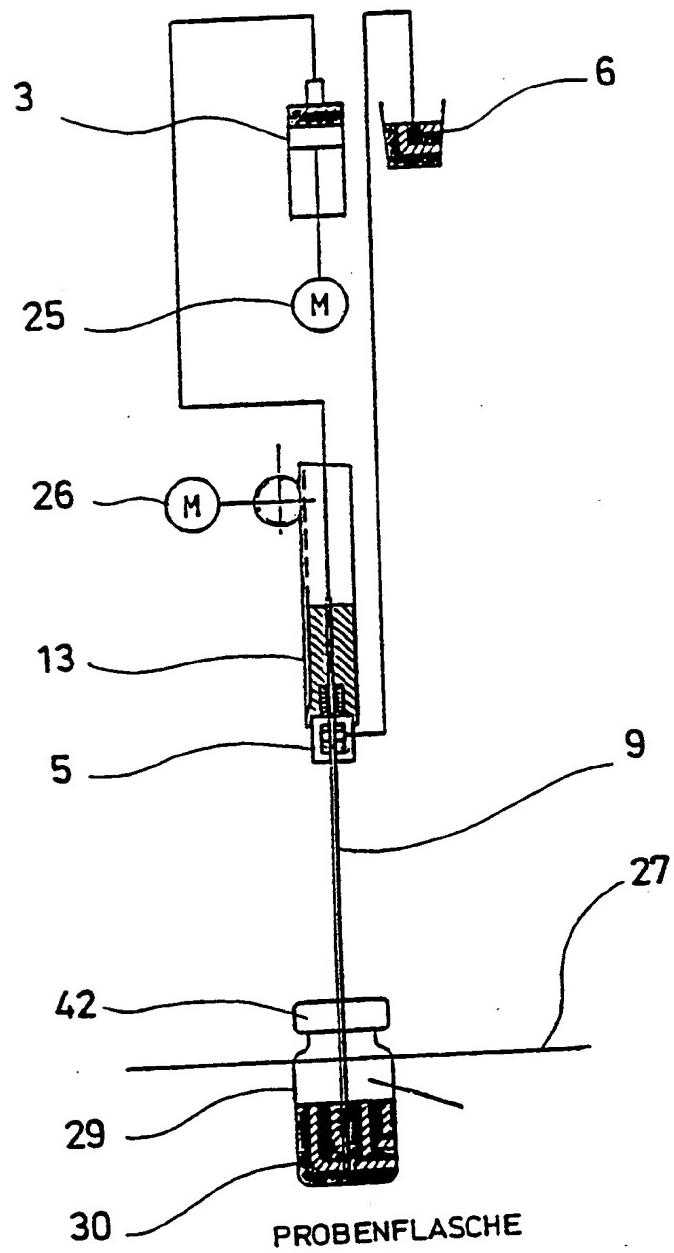


FIG. 7

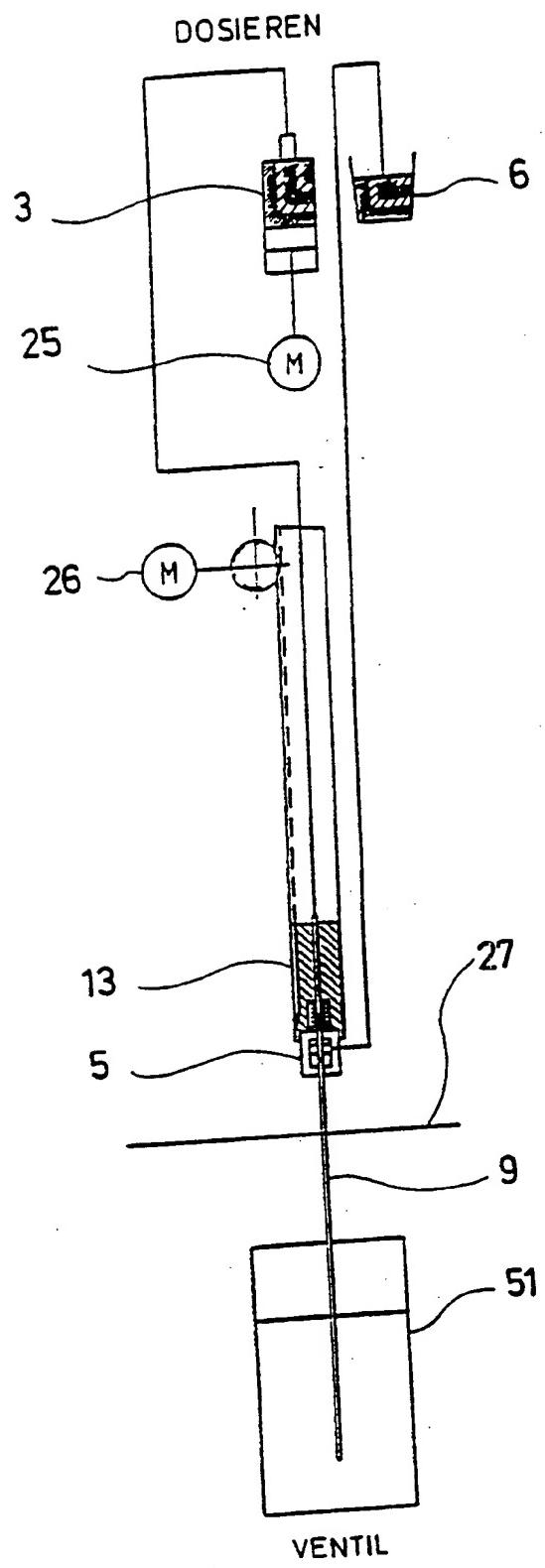


FIG.8

408 049/410